

ИЗУЧЕНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕЛЕНА (IV)

М.Ю. Егоренко

Научный руководитель – доцент ОХИ ИШПР О.И. Липских

ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский университет»
634050, Россия, г. Томск, проспект Ленина, дом 30

Селен является важным микроэлементом нескольких основных метаболических процессов, включая метаболизм гормонов, системы антиоксидантной защиты и иммунные функции. Таким образом, существует острая потребность в аналитических методах, позволяющих проводить точный анализ селена при низких уровнях концентрации [1].

Цель данной работы – разработка методики спектрофотометрического определения селена с помощью качественной реакции крахмала на высвобождающийся йод в результате реакции окисления селена (VI) в селен (IV). Для проведения эксперимента были приготовлены следующие растворы: 1 % раствор иодида калия, 0,1 Н раствор соляной кислоты, 1 % раствор крахмала.

Методика эксперимента: к 5 мл 1 % иодида калия добавляли 1 мл 0,1 Н соляной кислоты и разное количество стандартного раствора селена (IV) концентрацией $0,999 \text{ мг/дм}^3$ – от 1 до 10 мкл. После этого полученные растворы поме-

щали в темное место на 10 минут. Затем в каждый образец добавляли по 20 мкл 1 % раствора крахмала, наблюдали изменение окраски разной насыщенности в зависимости от концентрации (рис. 1).

Интенсивность окраски растворов оценивали по спектрам поглощения с помощью спектрофотометра Agilent Cary 60-UV-VIS при длине волны 570 нм (рис. 2).

По полученным значениям оптической плотности от концентрации был построен градуировочный график $y=0,0119x+0,161$ ($R^2=0,9468$), линейный диапазон которого сохраняется в интервале концентраций от $2,54$ до $25,40 \cdot 10^{-6} \text{ M}$ (рис. 3).

Из градуировочной характеристики видно, что данная методика позволяет проводить определение селена в широком интервале концентраций и может быть использована для определения целевого аналита в биологически-активных добавках и витаминах.



Рис. 1. Растворы образцов различной концентрацией селена с добавлением 0,1 Н соляной кислоты в присутствии крахмала

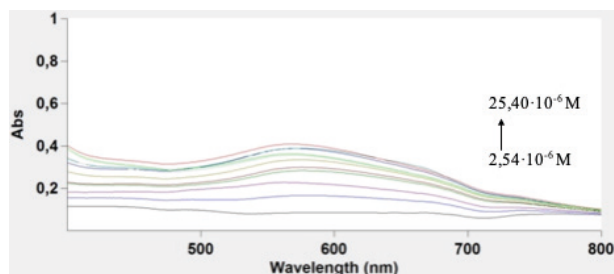


Рис. 2. Спектры поглощения образцов селена с добавлением 0,1 Н соляной кислоты и 1 % раствора крахмала

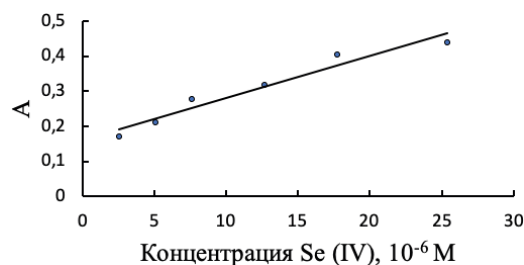


Рис. 3. Градуировочный график зависимости оптической плотности от концентрации селена

Список литературы

1. Stosnach H. *Analytical determination of selenium in medical samples, staple food and dietary supplements by means of total reflection X-ray fluorescence spectroscopy // Spectrochimica Acta – Part B Atomic Spectroscopy*, 2010. – №9–10 (65). – P. 859–863.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТАВА МЕТАЛЛУРГИЧЕСКОГО ШЛАКА КОМПЛЕКСНЫМИ МЕТОДАМИ

А.В. Егошина

Научный руководитель – д.х.н., профессор Н.А. Колпакова

*Национальный исследовательский Томский политехнический университет
634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30*

Аффинаж драгоценных металлов – это комплекс металлургических процессов, в результате которых получают благородные металлы (БМ) высокой степени чистоты. Поскольку в аффинаж поступают многокомпонентные материалы необходимо проводить их обогащение с выводом примесных элементов. Одним из способов обогащения является пирометаллургическая плавка.

В ходе пирометаллургического обогащения получают целевой концентрат (сплав) и ряд побочных продуктов. Одним из таких продуктов является шлак, который представляет собой легкоплавкие отходы силикатного типа, которые в процессе плавки отделяются от жидкого металла и скапливаются на его поверхности.

Стоит отметить, что сложный состав шлака, непостоянство состава и большой примесный фон создают серьезные проблемы при качественном и количественном анализе данного продукта. Без правильного и надежного анализа оценить содержание БМ в шлаке сложно, а значит, решения о дальнейшей необходимости в переработке шлака могут быть ошибочными.

В данной работе проводился комплексный анализ образца шлака, который был получен в ходе пирометаллургических операций. В таблице 1 представлены сравнительные результаты определения БМ в пробе шлака, полученные с помощью методов пробирного анализа (ПА) и рентгеноспектрального анализа (РСА). В отличие от ПА, методом РСА удалось детектировать только два элемента из шести: палладий и серебро. Причем данные по этим элементам значительно различаются.

Дальнейшее усовершенствование анализа пробы шлака было связано с переводением БМ в раствор.

Для отделения металлов от пустой породы и перевода их в раствор проводилось растворение шлака в смеси соляной и азотной кислот (царская водка). Полученный раствор и осадок были проанализированы. В осадке не было обнаружено БМ – это говорит о том, что все металлы перешли в раствор.

В таблице 2 представлен сравнительный анализ исходного шлака (метод ПА) и раствора после вскрытия пробы с использованием

Таблица 1. Содержание благородных металлов в шлаке

Метод анализа	Элементы, %					
	Pt	Pd	Rh	Ru	Au	Ag
ПА	0,0004	0,0013	0,0007	0,0014	0,0004	0,0111
РСА	–	0,0110	–	–	–	0,0490

Таблица 2. Результаты определения БМ в пробе шлака после ее растворения

	Элементы, мг					
	Pt	Pd	Rh	Ru	Au	Ag
Найдено в шлаке (ПА)	0,081	0,263	0,141	0,283	0,081	2,243
Найдено в растворе (АЭС-ИСП)	0,103	0	0	0	0,494	3,996
Расхождение, %	27,46	100	100	100	509,88	78,15